

- (54) PREPARATION OF UROCANIC ACID
(11) Kokai No. 53-15374 (43) 2.13.1978 (19) JP
(21) Appl. No. 51-91165 (22) 7.29.1976
(71) KANEBO K.K. (72) KEIICHI HONDA(2)
(52) JPC: 16E362
(51) Int. Cl. C07D233/64

PURPOSE: To prepare easily urocanic acid, useful an ultraviolet absorbing agent, in high yield by the Perkin reaction of 4(5)-imidazolealdehyde with a specific amount of acetic acid anhydride.

CONSTITUTION: Urocanic acid is prepared by the reaction of 4(5)-imidazolealdehyde (1 mole) with acetic acid anhydride (5 - 50 moles, pref. 7 - 30 moles) at 100 - 140°C in the presence of an alkali metal acetate salt or potassium carbonate. The alkali metal acetate salt is e.g. potassium acetate and sodium acetate whose amounts are 0.25 - 5 moles and 0.5 - 10 moles on the basis of per mole of the 4(5)-imidazolealdehyde, respectively. The product is obtained in 58 - 77% yield.

- (54) PREPARATION OF UROCANIC ACID
(11) Kokai No. 53-15375 (43) 2.13.1978 (19) JP
(21) Appl. No. 51-91166 (22) 7.29.1976
(71) KANEBO K.K. (72) KEIICHI HONDA(2)
(52) JPC: 16E362
(51) Int. Cl. C07D233/64

PURPOSE: To prepare easily urocanic acid, which exists on the skin surface of man, etc., by the reaction of 4(5)-imidazolealdehyde with a large amount of acetic acid anhydride in the presence of specific catalysts.

CONSTITUTION: Urocanic acid is prepared by the reaction of 4(5)-imidazole (1 mole) with acetic acid anhydride (1.5 - 20 moles, pref. 3 - 10 moles) in the presence of an alkali metal acetate salt and tert. amine (3 - 30 moles) at 90 - 145°C. The tert. amine is pyridine, α -picoline, triethylamine, etc. in an amount of from 10 to 20 moles per mole of the 4(5)-imidazolealdehyde. The product is obtained in 60 - 65% yield.

- (54) SYNTHESIS OF α -TOCOPHEROL
(11) Kokai No. 53-15381 (43) 2.13.1978 (19) JP
(21) Appl. No. 51-88108 (22) 7.28.1976
(71) EISAI K.K. (72) CHIAKI SEKI(6)
(52) JPC: 16E41
(51) Int. Cl. C07D311/70

PURPOSE: To prepare α -tocopherol in high yield by the condensation of hydroquinones with phytols at a low temperature in the presence of zinc chloride and phosphate as catalysts.

CONSTITUTION: α -Tocopherol is prepared by the condensation of 2, 3, 5-trimethylhydroquinone with phytols in an inert solvent, pref. dichloromethane, in the presence of zinc chloride and phosphate, e.g. phosphoric acid and polyphosphoric acid, as catalysts.

EFFECT: The condensation proceeds quantitatively under mild conditions of 20 - 40°C without heating to refluxing.

④日本国特許庁
公開特許公報

⑤特許出願公開
昭53—15381

⑥Int. Cl.
C 07 D 311/70

識別記号

発日本分類
16 K 41

庁内整理番号
7169—44

⑦公開 昭和53年(1978)2月13日

発明の該 1
審査請求 未請求

(全 3 頁)

⑧オートコファロールの合成法

一言市大字丹羽字井端1226番59号

⑨特 願 昭51—88108

⑩発 明 者 坂村吉三郎

⑪出 願 昭51(1976)7月26日

⑫市 場 番 号 昭市番井根332番39号

⑬発 明 者 関平秋

⑭同 賢島勢正

小牧市久保一色久屋山143番地

⑮同 東京都板橋区高島平3丁目10番

相沢清

⑯同 23号406

岐阜県羽島郡川島町竹寺町無番

⑰同 野中昭徳

地

⑱同 江南市後飛保字神明野8番2号

吉賀義博

⑲出 願 人 エーグイ株式会社

⑳同 各務原市磯沼4761番377号

⑳同 東京都文京区小石川4丁目6番

小西健介

10号

明 説 書

1. 発明の名称

オートコファロールの新製法

2. 特許請求の範囲

1. 特許合剤と不溶物残渣の存在下、2,5,5-

トリメチルハイドロメチンとフェニール

を反応させることより得るオートコファロール

の新製法において、特許合剤として反応剤

と触媒を併用するものを特徴とする、オート

コファロールの新製法

2. 不溶物残渣が反応剤とオートコファロール

と反応剤と触媒の混合物と反応する新製法

3. 反応剤と触媒の混合物と反応する新製法

4. 反応剤と触媒の混合物と反応する新製法

5. 発明の神髄を説明

本発明はオートコファロールの新製法を特徴と

するものである。さらに詳しくは、特許合剤と

不溶物残渣の存在下、2,5,5-トリメチルハ

イドメチンとフェニールを反応させることより

得るオートコファロールの新製法において、特許合

剤として反応剤と触媒、不溶物残渣として反

応剤と触媒とオートコファロールを併用することよ

り得るオートコファロールの新製法を特徴とす

のである。

本発明の方法において使用される特許合剤はハ

ロゲン化水素系を特徴として、例えばジメチル

メチル、フェニルメチル、四塩化炭素、エタレンジ

オールなどを挙げることができる。特許合剤は

メチルは目的物の反応および触媒の一歩目とし

て使用される。

本発明の方法における特許合剤としては、反応

剤と触媒を併用するが、触媒として触媒、

ポリマー等を使用することもできる。反応剤の例

は四塩化炭素、四塩化鉛、四塩化鉛、四塩化鉛

などである。

本発明において使用されるフェニールとして

は、フェニール、インフェニールおよびそれら

9.53g、収率95.2%

本化合物を精製した、淡黄色微結晶のポリ
メトコフ・ロール314F(純度98.1%)
を得た。

例4-3

2,5-トリノルヘイドロキノン12.5g、
塩化亜鉛11.2g、塩化銅5g、ジクロロメタン
500ml、酢酸30g、四塩化リン20g、
イソフタール24.5g(純度98.1%)を例4-1
に従って反応せしめ、淡黄色微結晶のポリ
フェニルアセート38.27gを得た。収率
96.7%、収率96.6%

淡黄色微結晶を得た。不純物と分離する。

例4-4

2,5-トリノルヘイドロキノン12.5g、
塩化亜鉛11.2g、塩化銅5g、ジクロロメタン
500ml、酢酸30gを混合溶媒下、25~30
℃でイソフタール24.5g(純度98.1%)を

3時間反応せしめ、さらに同量で1時間反応
せしめた。反応終了後、500mlを加え、塩化亜
鉛を除き、溶媒でジクロロメタンを抽出し、抽出
した液体を乾燥剤で脱水せし、500ml、メチルエ
ルアルコール100mlで抽出し、水、2%炭酸ナト
リウム水溶液、塩化亜鉛水溶液で順次洗浄し、乾燥
せしめた。溶媒を減圧留去し、淡黄色微結
晶のポリフェニルアセート38.25gを得た。

収率76.5%、純度92.1%

これを、分子蒸留に附して、淡黄色微結晶
のポリフェニルアセート26.83g(純度94.2
%)を得た。

特許出願人

工業イニキ株式会社